

УДК 548.4+548.734

© 1991

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНЫХ ИСКАЖЕНИЙ НА ПРОСТРАНСТВЕННОЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ИНТЕНСИВНОСТИ ДИФРАГИРОВАННОГО ПУЧКА В УСЛОВИЯХ РЕНТГЕНОАКУСТИЧЕСКОГО РЕЗОНАНСА

В. И. Хрупа, И. Р. Энтин

Экспериментально (MoK_{α_1} -, AgK_{α_1} -излучения, рефлексы 220, 440) исследованы закономерности влияния слабых нарушений периодичности кристаллической решетки на форму профиля пространственного распределения интенсивности дифрагированного пучка $I(x)$ в условиях рентгеноакустического резонанса. Установлено, что в почти совершенных кристаллах кремния, отличающихся методом выращивания, характер кривых $I(x)$ различен. Полученные результаты объяснены разным характером влияния на $I(x)$ макроскопических (масштаб искажений превышает длину экстинкции) и короткопериодных искажений кристалла. Показана возможность определения по данным рентгеноакустического эксперимента уровня деформации кристалла за счет макроискажений, а также величины статического фактора Дебая—Валлера.

Профиль пространственного распределения интенсивности дифрагированного пучка $I(x)$ в акустически возбужденном совершенном кристалле содержит два характерных минимума в том случае, если длина волны λ_s поперечных ультразвуковых колебаний, распространяющихся вдоль отражающих плоскостей, близка к длине экстинкции рентгеновского излучения Λ ($\lambda_s \leq \Lambda$, $\Lambda = 2\pi/\Delta K$, ΔK — минимальное значение ширины щели дисперсионной поверхности динамической дифракции) [1, 2]. Наличие этих минимумов обусловлено селективным резонансным подавлением за счет межзонного рассеяния интерференционного прохождения тех блоховских волн, для которых расстояние между ветвями дисперсионной поверхности равно акустическому волновому числу (условие рентгеноакустического резонанса (РАР) [3]; отметим, что минимальное значение частоты ультразвука ν_s^{min} , при котором еще возможно межзонное рассеяние, равно C_s/Λ , где C_s — скорость распространения ультразвука). Расстояние между минимумами x определяется соотношением величин λ_s и Λ

$$x = 2T \sin \theta [1 - (\lambda_s/\Lambda)^2]^{1/2}, \quad (1)$$

где T — толщина кристалла, θ — угол Брэгга.

В [1, 2] показано, что регистрация с помощью рентгеновской топографии профилей $I(x)$ для разных λ_s , удовлетворяющих условию РАР, позволяет исследовать форму дисперсионной поверхности вблизи границы зоны Бриллюэна. Из формулы (1) видно, что при фиксированной частоте ультразвука ν_s величина x весьма чувствительна к изменению Λ . Это обстоятельство может быть использовано для прецизионного определения Λ по величине x .

Значительный интерес представляет реализация возможности получения аналогичной информации для неидеальных кристаллов. Для дефектов, создающих короткопериодные поля смещений атомов из положений равновесия (характерный масштаб искажений $l^* \ll \Lambda$ [4]), по измеренной величине Λ может быть рассчитан статический фактор Дебая—Валлера

$e^{-L} (\Delta = \Delta_0 e^L, \Delta_0 - \text{длина экстинкции совершенного кристалла}), \text{ описывающий средний уровень смещения атомов из положений равновесия } [5].$
 Можно предположить, что для длиннопериодных искажений ($l^* > \Lambda$) также будут наблюдаться характерные особенности профиля $I(x)$, обусловленные миграцией точек возбуждения по дисперсионным ветвям [6], на основании которых можно определить уровень деформации кристалла.

В соответствии со сказанным целью настоящей работы было экспериментальное исследование влияния структурных дефектов на профили $I(x)$ в условиях РАР, а также анализ возможности получения на их основе информации о параметрах, характеризующих структурное совершенство кристалла.

Для получения широкого дифрагированного пучка были приготовлены толстые пластины монокристаллического кремния, выращенного методами бестигельной зонной плавки (образцы 1—3, $T=5.06, 9.98, 14.94$ мм) или Чохральского (образцы 4, 5, концентрация кислорода $1.2 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$, $T=16.07, 9.75$ мм). Последний из образцов для развития дефектной структуры был подвергнут термообработке (2 ч, 850°C), при которой происходит распад пересыщенного твердого раствора кислорода в кремнии с образованием дефектов кулоновского типа (кластеров и дислокационных петель) [7, 8].

Ранее установлено, что при такой термообработке возникают структурные искажения, которые заметно изменяют интегральные интенсивности брэгговских рентгенодифракционных рефлексов высоких порядков [9], а также оказывают существенное влияние на характер рентгеноакустических взаимодействий в кристалле [10, 11].

Для повышения точности измерения профилей $I(x)$ осуществлялась их дифрактометрическая регистрация путем перемещения детектора с узким входным окном (0.05—0.1 мм) в окрестности брэгговского максимума (рефлексы типа 220, 440; $\text{Mo } K_{\alpha_1}$, $\text{Ag } K_{\alpha_1}$ -излучения).

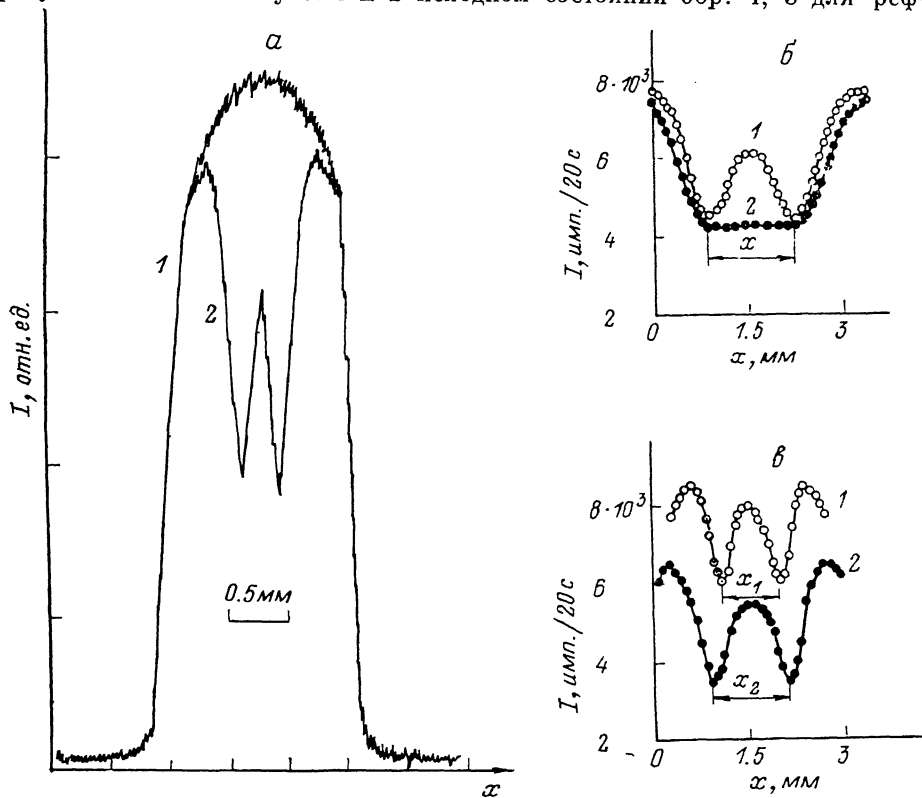
Значения дифракционных параметров ($\Delta x, \Lambda, L$) для рефлексов различного типа

Номер образца	$T, \text{ мм}$	Рефлекс. излучение	$\nu_s, \text{ МГц}$	$x, \text{ мм}$	$\Delta, \text{ мкм}$	L	
1	5.06	220	110	0.26	46.74	—	
		$\text{Ag}K_{\alpha_1}$	111	0.32	46.72	—	
2	9.98	220	139	0.31	36.53	—	
		$\text{Mo}K_{\alpha_1}$	140	0.53	36.52	—	
			141	0.74	36.56	—	
			142	0.8	36.50	—	
			440	71.75	0.63	70.92	—
3	14.94	$\text{Ag}K_{\alpha_1}$	72	0.78	70.91	—	
			72.5	1.02	70.89	—	
			73	1.22	70.90	—	
		220	110	0.78	46.76	—	
		$\text{Ag}K_{\alpha_1}$	111	0.94	46.70	—	
			440	72.5	1.41	70.72	—
4	16.07	$\text{Ag}K_{\alpha_1}$	73	1.73	70.71	—	
			74	2.2	70.65	—	
		220	110	0.84	46.77	—	
		$\text{Ag}K_{\alpha_1}$	111	1.05	46.78	—	
			440	72.5	—	—	
5	9.75 т/о, 2 ч, 850°C	$\text{Ag}K_{\alpha_1}$	73	2.04	71.04	—	
			74	2.51	71.03	—	
		220	139	0.45	36.69	$4.2 \cdot 10^{-3}$	
		$\text{Mo}K_{\alpha_1}$	140	0.66	36.78	$4 \cdot 10^{-3}$	
			440	72.5	1.18	71.43	—
		$\text{Ag}K_{\alpha_1}$	73	1.33	71.43	$1.2 \cdot 10^{-2}$	
		74	1.65	71.53	—		

Расчетные значения Δ (по формулам [17]) с использованием данных [14] для σ -поляризации РЛ составляют: $\Delta_{220} = 36.49$ мкм ($\text{Mo}K_{\alpha_1}$); $\Delta_{220} = 46.74, \Delta_{440} = 70.83$ мкм ($\text{Ag}K_{\alpha_1}$).

Ультразвук возбуждался в образцах с помощью стандартных пьезопреобразователей из ниобата лития.

Результаты измерений и расчетов приведены в таблице и на рисунке, *a—в*. В наиболее совершенных, по данным дифрактометрических измерений методом [12], образцах 1—3 в условиях РАР для обоих рефлексов наблюдались характерные провалы интенсивности на профиле $I(x)$ (*a*), расстояние между которыми практически не зависело от амплитуды подаваемого на пьезопреобразователь электрического сигнала. Аналогичные результаты были получены и в исходном состоянии обр. 4, 5 для реф-



Профили распределения интенсивности в дифрагированном пучке $I(x)$. AgK_{α_1} -излучение.

a: 220, обр. 1. 1 — исходное состояние, 2 — возбужден ультразвук. $\nu_S=110.5 \text{ МГц}$, напряжение на пьезопреобразователе $V=1 \text{ В}$; *б*: 440, возбужден ультразвук, $\nu_S=72.5 \text{ МГц}$, $V=0.1 \text{ В}$. 1 — обр. 3, 2 — обр. 4; *в*: 440, обр. 5, возбужден ультразвук, $\nu_S=72.5 \text{ МГц}$, $V=0.2 \text{ В}$. 1 — исходное после выращивания состояние, 2 — после термообработки 2 ч, $850 \text{ }^\circ\text{C}$.

лекса 220. Рассчитанные для разных ν_S по формуле (1), на основании экспериментальных значений x величины Λ (см. таблицу) в этом случае хорошо согласуются между собой, а также с известными литературными данными [13, 14].

Для более чувствительного к уровню искажений решетки рефлекса 440 [15] уже в исходном после выращивания структурном состоянии образцов, полученных методом Чохральского, установлены изменения формы профилей $I(x)$ по сравнению с обр. 1—3. Так, при $\nu_S \leq 72.5 \text{ МГц}$ (Ag K_{α_1}) в более толстом обр. 4 наблюдалось практически полное исчезновение тонкой структуры профиля в центральной его части, где произошло слияние двух провалов интенсивности в один размытый минимум (*б*). При больших значениях ν_S форма кривых $I(x)$ для данного рефлекса в кристаллах разного типа отличалась не столь существенно. Однако в этом случае в отдельных исследуемых участках обр. 4 расстояние x между провалами интенсивности заметно увеличилось. Соответственно

возросли и рассчитанные по формуле (1) значения параметра Λ (см. таблицу).

Термообработка обр. 5 привела к значительному увеличению расстояний x для обоих рефлексов и отвечающих им значений Λ . Из таблицы и рисунка, в видно, что этот эффект выражен в большей мере для рефлекса 440.

Описанные выше результаты можно объяснить следующим образом. В неидеальных кристаллах, содержащих длиннопериодные ($l^* > \Lambda$) [4] искажения структуры, вследствие миграции точек возбуждения по дисперсионной ветви на разной глубине проникновения в образец рентгеновского волнового поля условие РАР будет выполняться для различных лучей, формирующих дельту Бормана. Очевидно, что в достаточно толстых кристаллах это обстоятельство должно приводить к размытию провалов интенсивности на профиле $I(x)$, величина которого возрастает как при увеличении уровня деформации кристалла, так и при уменьшении v_s (при $v_s \rightarrow v_s^{\text{min}}$ кривизна дисперсионной поверхности и соответственно эффективность миграционного механизма резко возрастают). Именно такая ситуация наблюдалась экспериментально в исходном состоянии обр. 4 для рефлекса 440, когда при уменьшении частоты ультразвука до значения $v_s^* = 72.5$ МГц величина деформации решетки, вызванная, по-видимому, неоднородным (слоистым) распределением примесных атомов, оказалась недостаточной для сильного размытия провалов интенсивности на профиле $I(x)$ вплоть до их полного слияния. Отметим, что наличие макродеформаций ($\sim 10^{-7}$) в кристаллах кремния, выращенных методом Чохральского, экспериментально установлено ранее в [16].

Нетрудно убедиться, что на основании экспериментального значения частоты v_s^* , начиная с которой происходит слияние провалов интенсивности на профиле $I(x)$ в один, можно рассчитать среднюю величину вариаций в искаженной решетке брэгговского угла $\Delta\theta$ и соответственно уровень деформации кристалла ($\epsilon = \Delta\theta$) за счет длиннопериодных компонент поля смещений. Действительно, в рамках рассмотрения [1, 2] при небольшом уровне деформации кристалла получим следующее выражение для $\Delta\theta$:

$$\Delta\theta = 2[1 - (C_s/v_s^*\Lambda)^2]^{1/2}/H\Lambda, \quad (2)$$

где H — величина вектора обратной решетки действующего рефлекса. Расчет по формуле (2) для $v_s^* = 72.5$ МГц дал значение $\Delta\theta = 4.6 \cdot 10^{-7}$, которое хорошо согласуется с результатами измерений в аналогичном образце угловой ширины собственной кривой дифракционного отражения для запрещенного рефлекса 222 [16].

Если характерный масштаб искажений l^* мал ($l^* \ll \Lambda$), ширина щели дисперсионной поверхности уменьшается, по сравнению с совершенным образцом пропорционально величине e^{-L} [5]. Даже при небольших L ($\sim 10^{-3}$) это приводит к существенному увеличению угла раствора селективно подавляемых в условиях РАР лучей, соответственно к возрастанию регистрируемой в эксперименте величины x вследствие очень большой кривизны дисперсионных ветвей вблизи границы зоны Бриллюэна [17]. Это обстоятельство объясняет установленный экспериментально факт увеличения x в несовершенных кристаллах. Полученные значения L для исходного и термообработанного образцов кремния, выращенных методом Чохральского (см. таблицу), удовлетворительно согласуются с известными данными [12, 18-20].

Таким образом, в кристаллах, содержащих структурные искажения, в условиях РАР наблюдаются существенные изменения формы профиля дифрагированного пучка $I(x)$ по сравнению с совершенным образцом. Характер этих изменений различен для длиннопериодных ($l^* > \Lambda$) и короткопериодных ($l^* \ll \Lambda$) искажений. Это обстоятельство может быть использовано для определения уровня деформации кристаллической решетки за счет макроискажений, а также величины статического фактора Дебая—Валлера.

- [1] Энтин И. Р. // ФТТ. 1978. Т. 20. N 7. С. 2130—2133.
- [2] Entin I. R. // Phys. St. Sol. (b). 1978. V. 90. N 2. P. 575—584.
- [3] Энтин И. Р., Суворов Э. В., Кобелев Н. П., Сойфер Я. М. // ФТТ. 1978. Т. 20. N. 5. С. 1311—1315.
- [4] Smirnova I. A., Entin I. R. // Phys. St. Sol. (b). 1988. V. 147. N 2. P. 459—469.
- [5] Даценко Л. И., Молодкин В. Б., Осиновский М. Е. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами. Киев: Наукова думка, 1988. 198 с.
- [6] Penning P., Polder D. // Philips Res. Repts. 1961. V. 16. N 5. P. 419—440.
- [7] Сорокин Л. М. // Автореф. докт. дис. Л., ФТИ АН СССР, 1985. 35 с.
- [8] Matsushita Yo., Kishino S., Kanamori M. // Jap. J. Appl. Phys. 1980. V. 19. N 2. P. L. 101—L104.
- [9] Хрупа В. И. // Металлофизика. 1990. Т. 12. N 5. С. 49—54.
- [10] Даценко Л. И., Хрупа В. И., Энтин И. Р. // Укр. физ. журн. 1990. Т. 35. N 4. С. 591—593.
- [11] Хрупа В. И., Энтин И. Р., Даценко Л. И. // Укр. физ. журн. 1990. Т. 35. N 9. С. 1379—1381.
- [12] Осиновский М. Е., Хрупа В. И., Николаев В. В., Скороход М. Я. // Металлофизика. 1988. Т. 11. N 3. С. 62—67.
- [13] Teworte R., Bonse V. // Phys. Rev. (b). 1984. V. 29. N 4. P. 2102—2108.
- [14] Saka N., Kato N. // Acta Cryst. (a). 1986. V. 42. N 4. P. 469—478.
- [15] Хрупа В. И., Даценко Л. И., Николаев В. В., Скороход М. Я., Григорьев Д. О. // Укр. физ. журн. 1989. Т. 34. N 11. С. 1732—1735.
- [16] Entin I. R., Smirnova I. A. // Acta Cryst. (a). 1989. V. 45. N 8. P. 577—580.
- [17] Пинскер Э. Г. Рентгеновская кристаллооптика. М.: Наука, 1982. 39 с.
- [18] Воронков С. Н., Пискунов Д. И., Чуховский Ф. Н., Максимов С. К. // ЖЭТФ. 1987. Т. 92. N 4. С. 1099—1109.
- [19] Graf H. A., Schneider J. R. // Phys. Rev. (b). 1986. V. 34. N 12. P. 8629—8638.
- [20] Iida S., Sugiyama H., Sugita Yo, Kawata H. // Jap. J. Appl. Phys. 1988. V. 27. N 6. P. 1081—1087.

Институт полупроводников АН УССР
Киев

Институт физики твердого тела АН СССР
Черногоровка
Московская обл.

Поступило в Редакцию
27 июня 1990 г.

В окончательной редакции
2 января 1991 г.